

Docket No.: 52775-025

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of	:	Customer Number: 20277
	:	
Masahiro NAKAYAMA, et al.	:	Confirmation Number:
	:	
Serial No.:	:	Group Art Unit:
	:	
Filed: September 22, 2003	:	Examiner: Unknown
	:	
For:	:	NITRIDE SEMICONDUCTOR WAFER AND METHOD OF PROCESSING NITRIDE SEMICONDUCTOR WAFER

**CLAIM OF PRIORITY AND
TRANSMITTAL OF CERTIFIED PRIORITY DOCUMENT**

Mail Stop CPD
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

In accordance with the provisions of 35 U.S.C. 119, Applicants hereby claims the priority of:

Japanese Patent Application No. 2003-128060, filed May 6, 2003
Japanese Patent Application No. 2003-281647, filed July 29, 2003

cited in the Declaration of the present application. Certified copies are submitted herewith.

Respectfully submitted,

MCDERMOTT, WILL & EMERY



Stephen A. Becker
Registration No. 26,527

600 13th Street, N.W.
Washington, DC 20005-3096
(202) 756-8000 SAB:tlb
Facsimile: (202) 756-8087
Date: September 22, 2003

52775-02S
NAIKAYAMA et al.
September 22, 2003

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

McDermott, Will & Emery

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 5 月 6 日

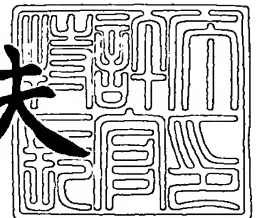
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 1 2 8 0 6 0
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 1 2 8 0 6 0]

出 願 人
Applicant(s): 住友電気工業株式会社
ソニー株式会社

2 0 0 3 年 8 月 6 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



k-478 up

出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 3 0 6 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 103I0065

【提出日】 平成15年 5月 6日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 H01L 21/205
C30B 29/38

【発明者】

 【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号住友電気工業株式会社伊丹製作所内

 【氏名】 中山 雅博

【発明者】

 【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号住友電気工業株式会社伊丹製作所内

 【氏名】 松本 直樹

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 3 5 号ソニー株式会社内

 【氏名】 玉村 好司

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 3 5 号ソニー株式会社内

 【氏名】 池田 昌夫

【特許出願人】

 【識別番号】 000002130

 【氏名又は名称】 住友電気工業株式会社

 【代表者】 岡山 紀男

【特許出願人】

 【識別番号】 000002185

 【氏名又は名称】 ソニー株式会社

 【代表者】 安藤 国威

【代理人】**【識別番号】** 100079887**【住所又は居所】** 大阪府大阪市東成区中道 3 丁目 1 5 番 1 6 号毎日東ビル
7 0 5**【弁理士】****【氏名又は名称】** 川瀬 茂樹**【電話番号】** 06-6974-6321**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 000516**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 9715687**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 G a N 基板及び G a N 基板の加工方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 直径が 4 5 mm 以上で、一つの極大点または極小点をもつ一様反りがあり中央部での高さ H が $12\ \mu\text{m}$ 以下もしくは反りの曲率半径 R が 2 1 m 以上であって、表面粗さが $\text{RMS} \leq 5\ \text{nm}$ で、裏面粗さが $\text{RMS} \leq 5000\ \text{nm}$ であることを特徴とする G a N 基板。

【請求項 2】 直径が 4 5 mm 以上で、一つの極大点または極小点をもつ一様反りがあり中央部での高さ H が $5\ \mu\text{m}$ 以下もしくは反りの曲率半径 R が 5 0 m 以上であって、表面粗さが $\text{RMS} \leq 0.5\ \text{nm}$ で、裏面粗さが $\text{RMS} \leq 2\ \text{nm}$ であることを特徴とする G a N 基板。

【請求項 3】 2 以上の極大点および極小点をもつ鞍点型の反りをもち極小点を平面に接触させたときの極大点の高さ H の最大値 H_m が $12\ \mu\text{m}$ 以下 ($H_m \leq 15000\ \text{nm}$) で、表面粗さが $\text{RMS} \leq 5\ \text{nm}$ で、裏面粗さが $\text{RMS} \leq 5000\ \text{nm}$ であることを特徴とする G a N 基板。

【請求項 4】 2 以上の極大点および極小点をもつ鞍点型の反りをもち極小点を平面に接触させたときの極大点の高さ H の最大値 H_m が $5\ \mu\text{m}$ 以下 ($H_m \leq 15000\ \text{nm}$) で、表面粗さが $\text{RMS} \leq 0.5\ \text{nm}$ で、裏面粗さが $\text{RMS} \leq 2\ \text{nm}$ であることを特徴とする G a N 基板。

【請求項 5】 0. 1 mm 毎に測定点を取って測定した面内厚さばらつき (T T V) が $10\ \mu\text{m}$ 以下である請求項 1 ～ 4 の何れかに記載の G a N 基板。

【請求項 6】 G a N 基板の面粗度を向上させるために、光励起反応を利用した CMP 研磨を行うことを特徴とする G a N 基板の加工方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、青色発光素子の基板として利用できる単結晶 G a N 基板の反り、面の平滑度に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

【特許文献 1】 国際特許公開 WO 9 9 / 2 3 6 9 3

【0 0 0 3】

【特許文献 2】 特開 2 0 0 0 - 2 2 2 1 2 (特願平 1 0 - 1 8 3 4 4 6 号)

【0 0 0 4】

【特許文献 3】 特開 2 0 0 0 - 1 2 9 0 0 (特願平 1 0 - 1 7 1 2 7 6 号)

【0 0 0 5】

【非特許文献 1】 碓井彰「ハイドライド V P E による厚膜 G a N 結晶の成長」電子情報通信学会論文誌 v o l . J 8 1 - C - I I , N o . 1、P 5 8 - 6 4 (1 9 9 8 年 1 月)

【0 0 0 6】

【非特許文献 2】 Kensaku Motoki, Takuji Okahisa, Naoki Matsumoto, Masato Matsushima, Hiroya Kimura, Hitoshi Kasai, Kikurou Takemoto, Koji Uematsu, Tetsuya Hirano, Masahiro Nakayama, Seiji Nakahata, Masaki Ueno, Daijiro Hara, Yoshinao Kumagai, Akinori Koukitu and Hisashi Seki, "Preparation of Large Freestanding GaN Substrates by Hydride Vapor Phase Epitaxy Using GaAs as a Starting Substrate", Jpn. J. Appl. Phys. vol.40(2001) ppL140-143.

【0 0 0 7】

【特許文献 4】 特開 2 0 0 1 - 1 0 2 3 0 7 (特願平 1 1 - 2 7 3 8 8 2 号)

【0 0 0 8】

【特許文献 5】 特願 2 0 0 2 - 2 3 0 9 2 5 (2 0 0 2 年 8 月 8 日出願)

【0 0 0 9】

【特許文献 6】 特開平 1 0 - 1 6 6 2 5 9 (特願平 8 - 3 3 2 1 2 0 号)

【 0 0 1 0 】

【非特許文献 3】 J. A. Bardwell, J. B. Webb, H. Tang, J. Fraser and S. Moisa, "Ultraviolet photoenhanced wet etching of GaN in $K_2S_2O_8$ solution", J. Appl. Phys. vo. 89, No. 7, p4142-4149 (2001).

【 0 0 1 1 】

【特許文献 7】 特開 2 0 0 2 - 3 5 6 3 9 8 (特願 2 0 0 1 - 1 6 6 9 0 4)

【 0 0 1 2 】

青色 LED、青色 LD の基板としてはサファイヤ単結晶が用いられ、その上に GaN 薄膜、InGa_N 薄膜などをエピタキシャル成長させるようになっている。GaN のエピ膜の上に n 型 p 型の InGa_N や GaN の薄い層を成長させてデバイスとしている。サファイヤ基板は入手容易であるし青色 LED の基板としての長い実績もある。しかしサファイヤは絶縁体であるから基板の裏面に n 電極を取るということはできない。サファイヤ基板の上に導電性の n-GaN 層を付けて上面に n 電極を設けるという構造になる。

【 0 0 1 3 】

それは多大の表面を必要とした構造でサイズを縮減するのが難しい。またサファイヤは機械的に極めて硬いし劈開がないのでチップへの切り出しが機械的なダイシングによっておりそれが加工コストを上げ、歩留まりを下げている。また、サファイヤ基板と GaN 膜との格子不整合により転位が多数発生し、素子の発光特性を劣化させる。そのような訳で InGa_N 系の青色発光素子の基板としてエピ膜と同種の材料である GaN 単結晶基板が強く望まれている。

【 0 0 1 4 】

GaN 単結晶基板というものは存在しないので異種基板の上に GaN を成長させる。異種基板としてこれまで使われているのはサファイヤ基板、SiC 基板、GaAs 基板、スピネル基板等が報告されている。そのままでは基板-エピ界面での応力が大きすぎて結晶層が剥離するので低温埋積層を用いたり、小さい窓を有するマスクを基板に付け窓から結晶核を成長させるラテラル成長法 (ELO 法; Epitaxial Lateral Overgrowth) を用いて応力緩和を図っている。特許文献 1

～3と非特許文献1、2はELO法について述べている。ELOはGaNの薄膜成長法であって厚膜を作ることはできない。そのままの手法で厚く積んでも結晶内の転位が多すぎ応力も大きく剥離する。それで厚膜を作るにはELOだけでは不十分である。

【0015】

特許文献4は本出願人になるGaN結晶のファセット成長法を初めて提案している。鏡面成長するのではなくファセットを維持したまま成長させファセットに転位を集中させ残り部分を良質の単結晶とするものである。それによって初めて厚いGaN膜を作ることができるようになった。特許文献5は本出願人が創案したドットマスクを下地に形成しマスクによってファセット成長する部分を決定し、それ以外は良質の単結晶とし厚い自立膜を形成できるようにした。

【0016】

Si半導体の場合はアルミナによる機械的研磨の他にコロイダルシリカと薬液を使った化学的機械的研磨（CMP：Chemical Mechanical Polishing）が行われる。GaAsでもCMPは可能である。結晶を腐食する作用のある薬品が知られているからである。しかしサファイヤやGaNについてはCMPは不可能だと思われてきた。

【0017】

特許文献6はサファイヤの研磨について初めて化学的機械的研磨（CMP）を提案している。しかし化学的研磨の主体になる薬品についてはアルカリ性溶液とあるだけで秘匿されている。GaN（0001）面のCMPについての文献は存在しなかった。

【0018】

非特許文献3は過硫酸カリウムによってGaNをウエットエッチングしたという文献である。

【0019】

特許文献7は本発明者の手になるものでGaNウエハの周囲を面取りするというものである。それまでGaNの自立円形ウエハというものは実在しなかったが初めて製造可能になったので周囲を面取りし、方位を表すOFを付けたというも

のである。後に述べる形状加工というものである。

【0020】

【発明が解決しようとする課題】

GaN単結晶を製造する技術はいまだに成熟しているとは言い難い。いまだに小さい自立基板ができるだけである。製造者によって違うが、50mm直径（2インチ径）の自立GaN単結晶基板は未だ商業ベースに到っていない。本出願人は50mm直径（2インチ径）の円形GaN自立基板（ウエハ）を製造することができる。それは円形で大きいので発光素子デバイス製造の基板として適している。しかし表面の平坦性や反り、平滑性などでいまだに満足できるGaNウエハはない。GaNは化学的に安定で硬くて脆いこと、六方晶GaNは表裏（（0001）面と（000-1）面）に面方位依存性があることにより研削・研磨加工を困難にしている。

【0021】

GaNは透明であるから、SiウエハやGaAsウエハとは違う面もある。表・裏面の加工度を変えても一見して表面と裏面の区別が付きにくいということもある。

【0022】

まだまだ問題が色々あるが、ここでは反りと面粗度を取り上げる。

GaNは六方晶系でありc軸の廻りに3回対称性を備えている。大きいGaN結晶がないのでGaAs（111）単結晶を基板にして、その上にラテラルオーバーグロース法とファセット法を併用してGaNの単結晶を成長させるようになっている。そしてGaAsの単結晶基板を除去してGaNの自立膜とする。それは表面と裏面の性質が異なり反りも大きいものである。GaAsとGaNでは格子不整合があり、GaAsを除去するとGaNが反ってしまう。

【0023】

上に凸である反りを正の反り、下に凸である反りを負の反りと定義する。反りは通常の研削や研磨によってはなかなか取れない。片面研磨の場合は研磨プレートにウエハの一面を貼り付け露出側の面を定盤の研磨布に押し当て定盤と研磨プレートを回転させ研磨液を注ぎながら露出面を研磨する。貼り付ける際、反った

ウエハに反りが解放するように力を加えるので、研磨したウエハを研磨プレートから外すと貼付時に加えた力の分だけ元のように反ってしまう。研磨によって反りを解放するのは難しい。反りが大きければ、それだけ、プロセス中での扱いが難しくなり、破損に至る確率も高くなる。また、マスク露光の際、焦点が合わせにくい、という問題がある。

【0024】

両面同時研磨の場合は、複数の穴をもつテンプレートの穴にウエハを入れ、上下の定盤で挟み、研磨液を注ぎながらテンプレートを遊星運動させウエハの上面と下面を同時に削るようにする。反りがあるウエハを上下で押さえるので平坦な状態になり、それを研削するからテンプレートや定盤から外すとウエハの反りが元に戻る。だから初めに反りのあるウエハから反りをなくすのは難しい。

【0025】

もう一つは厚みのバラツキである。厚みバラツキがあるとデバイスの性能にバラツキが現れる。厚みは全ウエハの中で一様でなければならない。厚みのバラツキを表現する方法は幾つもある。ここではTTV (Total Thickness Variation) という値を使う。TTVはウエハの片面をチャックした状態で、ウエハのもう一方の面の高さを一定間隔ごとに測定して、そのバラツキを調べるものである。間隔 d が測定の条件になる。 $d = 5 \text{ mm}$ ごととしてもよいし、 $d = 1 \text{ mm}$ ごととしてもよい。そして高さの最大値から最小値を引いたものがTTVである。だからそれは測定点のピッチによって値が違う可能性がある。ここでは $d = 0.1 \text{ mm}$ の格子状に並ぶ点での高さを測定することにする。そして最大値と最小値の差をTTVとする。

【0026】

さらにもう一つは面粗度の問題である。片面をミラー面（鏡面）とし、現在は裏面を粗面としている。裏面はデバイスを作らないから平坦面にする必要がないからである。Siや化合物半導体の洗浄では、通常、表面を酸化還元処理することで表面のパーティクル等をリフトオフして除去しているが、GaN自立ウエハは化学的に極めて不活性であるため、最終洗浄処理工程でエッチングによるリフトオフをすることが困難である。従って、パーティクルを十分に除去することが

難しい。特に、裏面の粗さが粗い場合、裏面のミクロな凹凸部に研磨材やワックス等の微小な異物を取り込まれ、最終洗浄工程で表面に回り込み再付着することが懸念される。図11に示すように裏面粗さRMSが大きくなるほどウエハに付着するパーティクル数も増えていくことがわかる。また、GaN自立ウエハは硬脆性であり、裏面の凹凸を起点にしてクラックが入りやすい、という懸念もある。図3は、GaNウエハの曲率半径Rが大きくなり平坦度が増すにつれ、ウエハのクラック発生率が減っていくことを示している。

【0027】

【課題を解決するための手段】

本発明の自立単結晶GaNウエハは、反りの数が一つ（極大点が一つ）の場合でも極大点、極小点が複数であってもいずれにしても高さのずれの最大値Hmが $12\mu\text{m}$ 以下だということにする。 $Hm \leq 12\mu\text{m}$ ということである。反りの数というのは不正確なのでここでは極大点、極小点によって述べる。たとえば2つの極大点T1、T2、T3…、極小点K1、K2、K3、…があると鞍点型の変形となる。その場合、極小点を平面に接触させて、極大点の高さを計り、その最大値Hmが $12\mu\text{m}$ より小さいものとする。より好ましくは、最大値Hmは $5\mu\text{m}$ 以下とする。つまり $Hm \leq 5\mu\text{m}$ ということである。

【0028】

極大点が一つのT1だけのときは一様反り（図6（1）のような反り）である。 $45\text{mm}\phi$ ウエハの場合は、 $H = 12\mu\text{m}$ の場合に曲率半径は $R = 21\text{m}$ となる。 $45\text{mm}\phi$ ウエハの場合、 $H = 5\mu\text{m}$ に対して、曲率半径は $R = 50\text{m}$ ということである。この関係はのちに図9を使って説明する。

【0029】

だから一様反りでは本発明で

$$(1) Hm \leq 12\mu\text{m}, \quad (45\text{mm}\phi \text{ の場合}) \quad R \geq 21\text{m}$$

$$(2) Hm \leq 5\mu\text{m}, \quad (45\text{mm}\phi \text{ の場合}) \quad R \geq 50\text{m}$$

ということである。曲率半径Rに関する限定はウエハの寸法に依存する。しかし $Hm \leq 12\mu\text{m}$ 及び $Hm \leq 5\mu\text{m}$ という限定は反りの数によらない限定である。

【0030】

一様反りでなく、2つの極値のある反りもある。その場合は直径上に極大点二つと極小点二つが交互に並ぶような二重反りとなる。

極大点、極小点が同一直線上にあれば話は簡単であるが、必ずしもそうでないこともある。ウエハ上に想定された正方形の頂点に極大、極小点がある鞍点型の場合もある。その場合、一つの直径上には二つの極小点と、三つの極大点が並ぶことになり三重の反りとなる。図10に三つの極小点K1、K2、K3と二つの極大点T1、T2をもつような複雑な反りのあるウエハを示す。これはたまたま直径上に5つの極値が並ぶ場合である。前記の4点鞍点型の場合を直径にそって切るとこのような三重反りとなる。この場合は、T1、K2、T2を反りの凸部とする反りが三つ存在するのであるから、一重反りの場合に比較して、同じ高さHであっても、許容曲率半径Rはぐっと小さくなる。直径が3分の1に減るので同じ反り高さHに対して曲率半径は9分の1となる。だから $H \leq 12 \mu\text{m}$ に対して、 $R \geq 2.3 \text{ m}$ であるし、 $H \leq 5 \mu\text{m}$ に対して、 $R \geq 5.6 \text{ m}$ となる。

【0031】

反りを取るために上定盤に定盤自重に匹敵する逆圧を加え、ウエハに殆ど荷重が掛からない状態 (60 g/cm^2 以下、 $P \leq 60 \text{ g/cm}^2$; 以下無荷重と呼ぶ) をで粗研磨 (研削) する。ウエハに圧力をほとんど掛けないで自由状態で粗研磨する。そのため上定盤を持ち上げる。上定盤を押さえるのではなく引上げるような力を与えて研削する。そのようにするとウエハが自由状態で反ったまま研削されるので上に反っている部分は上定盤により先に削られ下に反っている部分は下定盤によって先に削られる。反っている部分が減ってくるので次第に平坦に近付いてくる。やがて反りの部分が全部消失してほぼ一様な厚みで殆ど反りのないウエハとなってゆく。一様反りであろうが、二重、三重反りであろうが、どのような反りをも除去することができる。時間はかかるが反りを取り去るには有効である。

【0032】

本発明の自立単結晶GaNウエハは、表面粗さがRMS 5 nm以下、好ましくはRMS 0.5 nm以下とする ($\text{RMS} \leq 5 \text{ nm}$ 、 $\text{RMS} \leq 0.5 \text{ nm}$)。図1にRMSとエピタキシャル成長後のモフォロジーとの関係を示す。GaNウエハ

のRMSが大きくなるほどエピ後のモフォロジーは悪化する傾向がある。また、硬くて脆いのでGaN単結晶は機械的研磨だけではなかなか平滑面が得られないが本発明は精密研磨において、砥粒の他に、ペルオキソ2硫酸カリウムと、水酸化カリウムを含む研磨液に紫外線照射による光励起手法を用いてCMPを行った。GaNウエハで化学的機械的研磨が可能である事を見出したのは本発明者が最初である。

【0033】

本発明の自立単結晶GaNウエハは、裏面粗さがRMS5000nm以下とする。RMS \leq 5000nmである。図11に示すように、裏面粗さRMSが大きいほど、GaNウエハ表面にパーティクルが回り込むのでパーティクル数が増えていくことが分かる。これもCMPを使う事ができる。

【0034】

本発明の自立単結晶GaNウエハは、45mm ϕ ウエハで、表面の厚みバラツキ(TTV)が10 μ m以下であるようにする。

図9によって一様反りのウエハの反りを曲率半径Rで表現したものと、ウエハの直径Dが決まっているときの中央部高さHによって表現したものの関係を説明する。ウエハ直径をFG=Dとする。それが曲率半径Rで彎曲している面の一部であるから、OF=OM=OG=Rである。D=FG=2Rsin θ である。ウエハの中央部の撓みHはMNであるが、それは

【0035】

$$H = R - R \cos \theta = D^2 / 8R$$

となる。それは近似式であるが、D/Rは極めて小さいので誤差の少ない近似である。2インチウエハであればD=50mmであるから、R=26mのときに、H=12 μ mとなる。曲率半径R=62mのときに、H=5 μ mとなる。

【0036】

本発明では高さHが12 μ m以下あるいは5 μ m以下とするのであって、反りの曲率半径Rは規定しない。それはウエハのサイズと反りのモードによるからである。同じサイズのウエハでも、反りが二重（極大、極小が直径上に並ぶ）の場合は彎曲部の寸法が半分になるので許容曲率半径は約1/3程度になる。反りが三

重（図10）になると、彎曲部の寸法が $1/3$ になるから許容曲率半径は約 $1/9$ 程度になる。

【0037】

また、一様反り（図6の（1）のような反り）の場合、図2に示すように曲率半径 R が大きいほど、レジストでマスクをつける際の歩留まりが良くなる事が分かる。

【0038】

【発明の実施の形態】

これまで円形の自立GaN単結晶ウエハというものの存在が希少であったので、その加工法というものも確立していなかったのであるが、図4のような工程によってGaNウエハの加工を行った。GaN単結晶ウエハの加工は、粗加工と、面取りのための形状加工と、2段階の研磨、洗浄、検査などの段階よりなる。

【0039】

研磨は多段階に分けて行うようにする。大別すると、粗研磨（一次研磨）と精密研磨（二次研磨）である。粗研磨は数段階あり、一般に研磨速度が速く、精密研磨はCMPによって行い、研磨速度は遅い。

【0040】

反りを取るためには通常の研磨では役に立たない。本発明では反りを取るために粗研磨は 60 g/cm^2 以下の低荷重で行う。つまり反りあるウエハを上下の定盤の間に入れ、押さえ付けずウエハが自由に反ったまま粗研磨をする。通常の研磨は下定盤と上定盤の間にウエハを挟み、上定盤によって押さえ付けてウエハを削るが本発明では上定盤を積極的に引き上げてウエハに殆ど圧力がかからないような無荷重の状態では粗研磨する。

【0041】

図5はその有り様を示す概略図である。反りのあるウエハ2が上定盤3と下定盤4の間に挟まれている。上定盤3・下定盤4はともに金属定盤で、その間には研磨液が供給され上定盤3と下定盤4が順方向もしくは反対方向に回転することによってウエハが粗研磨される。研磨液はシリコンカーバイド、アルミナ、ダイヤモンドなど遊離砥粒が含まれる。上定盤3は圧力を掛けるのではなく反対に引

き上げ力を加えている。だからウエハ2は反ったまま挟まれて中央凸部ハ、下方の縁ト、ルのみが定盤3、4と接触する。だからハ、ト、ルの部分だけが削られて行く。次第に上定盤の位置を下げて行き反りを徐々に減らして行く。一般の荷重方式の粗研磨より速度は遅くなる。

【0042】

図6は反りのあるGaNウエハの粗研磨されてゆく様子を示す。初めは図6（1）のイロハニホヘトチリヌルワイというように上に凸であったとする。無荷重で粗研磨されるので、上定盤と接触しているハ、下定盤を接触しているト、ルが削られる。それで図6（2）のように上面中央に部分平坦面ニロができ、下面の周辺部にはリング状の平坦部ヨタ、レソが発生する。さらに上定盤を少しずつ下げて無荷重粗研磨する。無荷重研磨が進行すると図6（3）のように上面の平坦部ノオクがさらに増えて下面のリング状の平坦部ナラ、ムウも広がってゆく。さらに加工が進むと図6（4）のように上面が平坦面イヤマケホとなり、下面も平坦面ヘフコエワというようになる。

【0043】

図5はウエハ1枚の場合だけを示す原理図である。実際には複数枚のウエハを遊星運動させて同時に上下面を粗研磨する。図7はそのような遊星運動させてウエハの表裏面を粗研磨（研削）する粗研磨装置の概略図である。そのような装置は新規でないがウエハに圧力を加えないで研磨している状態を説明するためにここに図示した。上定盤3と下定盤4が上下に並び互いに対向している。下定盤4は下回転軸27によって回転する。上定盤3は上回転軸26によって回転する。上定盤3は任意の高さに持ち上げることができる。

【0044】

上下の定盤3、4の間には太陽歯車20、太陽歯車に噛み合う遊星歯車を周辺にもつ複数枚のテンプレート22、テンプレート22の遊星歯車に噛み合うインターナルギヤ23を有する。テンプレート22は樹脂の薄い円板であるが複数の通し穴25があり、通し穴25にウエハ2を入れる。テンプレートがm枚あって一つのテンプレートにn個の通し穴があれば、同時にmn枚のウエハを研磨することができる。

【0045】

研磨液は砥粒と潤滑液からなる。シリコンカーバイド、アルミナ、ダイヤモンドなどの砥粒を使った機械的研磨である。研磨液（図7では省略）を定盤の間に供給しながら、太陽歯車を Ω_s 、インターナルギヤを Ω_i で、上定盤を Ω_u で、下定盤を Ω_d の角速度で回転させる（ Ω は反時計廻りを正とする）。図示していないが太陽歯車軸は上または下へ延びモータとつながっている。上定盤と下定盤は反対方向に回転させることもでき、同方向にも回転させることができる。インターナルギヤ23も別のモータで回転させることができる。太陽歯車の歯数を S 、テンプレート（遊星歯車）の歯数を P 、インターナルギヤの歯数を I とすると、無転位であれば $S + 2P = I$ である。テンプレートの公転角速度 Ω_c は、 $S\Omega_s + I\Omega_i = (S + I)\Omega_c$ によって与えられ、テンプレートの自転速度 Ω_t は $P\Omega_t = I\Omega_i$ によって決まる。だから Ω_u 、 Ω_d 、 Ω_s 、 Ω_i を調節することによってテンプレートに任意の公転角速度、自転角速度を実現させることができる。

【0046】

重要なことは上定盤3の軸26に引上力 F がかかっておりウエハが反ったまま通し穴25に入っており反って突出している部分から削られるということである。上定盤を少しずつ下げながら研磨をするので反りが次第に削られてなくなってしまう。

【0047】

精密研磨（仕上げ研磨）については、面の平滑度、平坦度を上げるために化学的機械的研磨を行う。その状態を図8に示す。 GaN で化学的研磨を行うためには、水酸化カリウムとペルオキソ2硫酸カリウム（ $KOH + K_2S_2O_8$ ）混合液9を用い、それに紫外線を当てるようにする。たとえば次のように研磨液を調整する。

【0048】

研磨液	2 M	KOH （水酸化カリウム）
	0.5 M	$K_2S_2O_8$ （ペルオキソ2硫酸カリウム）
研磨材	コロイダルシリカ	粒径 50 nm ~ 450 nm

(精密研磨に最適の粒径 $200\text{ nm } \phi$)

紫外線光源 波長 254 nm の水銀 (Hg) ランプ
 10 mW/cm^2

【0049】

ペルオキソ 2 硫酸カリウムは酸化剤として知られた材料である。先述のように GaN は硬くて脆く化学的機械的研磨ができないとされてきたが、本発明は、ペルオキソ 2 硫酸カリウムに紫外線照射することによって GaN を化学的に研磨し、同時に存在するコロイダルシリカの物理作用とあいまって硬く脆い GaN の表面を滑らかな面に仕上げるができる。それによって割れ、スクラッチを発生させる危険をおかすことなく、表面面粗度を $\text{RMS} \leq 0.5\text{ nm}$ とすることができる。

【0050】

好ましい表面面粗度が $\text{RMS} \leq 5\text{ nm}$ だということもあり、その場合は RMS を 5 nm 以下とするようにすればよい。RMS を制御するにはコロイダルシリカの粒径 ($\phi = 50\text{ nm} \sim 450\text{ nm}$) を変える。コロイダルシリカの粒径が粗いと研磨速度は速いが面粗度 RMS は大きくなる。粒径が細かいと研磨速度は小さいが最終的な面粗度 RMS は小さくできる。それによって $\text{RMS} \leq 0.5\text{ nm}$ とすることができる。コロイダルシリカだけだとほとんど研磨されないため、そのような平滑面にはできなかった。

【0051】

【実施例】

2 インチ ϕ の GaN 単結晶ミラーウエハを製造するために、円形 GaN 単結晶ウエハ (一様反りの甲、三重反りの乙) を次のように粗研磨、精密研磨した。

【0052】

粗研磨の条件は次のようである。シリコンカーバイドを遊離砥粒として用いた。

研磨材: シリコンカーバイド (GC)、

平均粒径 第一段階 $15\text{ }\mu\text{m}$ (#800)、

第二段階 $6\text{ }\mu\text{m}$ (#2500)、

第三段階 $2\text{ }\mu\text{m}$ (#6000)、

油性スラリー

上定盤: 鋳鉄 $380\text{ mm}\phi$ 下定盤: 鋳鉄 $380\text{ mm}\phi$ 研磨条件: 定盤回転数 $20\sim60\text{ rpm}$ 太陽ギヤ回転数 $10\sim30\text{ rpm}$ 研磨材供給量: $500\text{ cc}/\text{分}$ (循環)荷重: $30\sim60\text{ g}/\text{cm}^2$ 研磨速度: 第一段階 $0.3\text{ }\mu\text{m}/\text{分}$ 、第二段階 $0.05\text{ }\mu\text{m}/\text{分}$ 、第三段階 $0.02\text{ }\mu\text{m}/\text{分}$ 研磨代: Total $60\sim80\text{ }\mu\text{m}$

【0053】

ウエハを反ったままで上下の定盤で挟んでゆっくりと削り、反りを取るのは図5、図6に示す通りである。実際には図7のように遊星運動するキャリヤをテンプレートとして、その穴にGaNウエハを入れて上下の定盤で挟んで研削する。研磨速度は遅いが、それは無荷重であるためである。

【0054】

精密研磨の条件は、

研磨材: コロイダルシリカ平均粒径 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ KOH+K₂S₂O₈+254nm水銀(Hg)ランプの光

パッド: 不織布

研磨条件: 定盤回転数 $20\sim60\text{ rpm}$ 太陽ギヤ回転数 $10\sim30\text{ rpm}$ 研磨材供給量: $1000\text{ cc}/\text{分}$

【0055】

そうしてできた2インチGaNウエハ(甲)は一様反りで、反りの曲率半径が $R=100\text{ m}$ 、表(Ga)面、裏(N)面ともに $10\text{ }\mu\text{m}\times10\text{ }\mu\text{m}$ □領域で面粗度RMSが $0.3\text{ nm}\sim0.5\text{ nm}$ であった。表面の高さバラツキは(0.1

mm毎測定) $TTV = 3.5 \mu m$ であった。優れて平坦、平滑で良好なウエハである。

また、同様にこうしてできた2インチGaNウエハ(乙)は、一様な反りでなく図10のような複雑な反りをもつが、反りH(Warp)は $2 \mu m$ であった。表(Ga)面、裏(N)面ともに $10 \mu m \times 10 \mu m$ □領域で面粗度RMSが $0.3 nm \sim 0.5 nm$ であった。 TTV は $3.1 \mu m$ であった。

【0056】

【発明の効果】

異種基板(例えばGaAs)の上に気相成長させて作ったGaN単結晶自立膜は反りがあるが本発明は低荷重で時間をかけて粗研磨するので反りはなくなる。反りを曲率半径 $R \geq 26 m$ (2インチで中央隆起 $H \leq 12 \mu m$)にすることができる。また条件を選べば $R \geq 60 m$ (中央隆起 $H \leq 5 \mu m$)にもできる。

【0057】

GaNは硬くて脆いのでシリコンカーバイド、アルミナ、ダイヤモンド砥粒を用いた機械的研磨だけではなかなか面平滑度が上がらない。GaNの化学機械研磨法(CMP)はできないとされてきた。本発明者はコロイダルシリカに加えて初めてペルオキソ2硫酸カリウムと紫外線を使ってCMPに成功した。ペルオキソ2硫酸カリウムと紫外線によって化学反応を起こさせGaNウエハを化学的、機械的に研磨するので優れた平滑度が得られる。

【0058】

裏面が粗面であると裏面にパーティクルが付くという事があったが裏面も平滑にするので、そのようなこともない。厚さバラツキ TTV は $10 \mu m$ 以下とするのでウエハの上に作製したデバイス特性のバラツキが少なくなる。例えば、マスク露光時の歩留まりが向上する。

【図面の簡単な説明】

【図1】

窒化ガリウム(GaN)単結晶ウエハにおいて表面粗さ(RMS)あるいは TTV が大きくなると、そのウエハの上にエピタキシャル成長させたGaN、InGaNなどの薄膜のモフォロジーが低下することを示すグラフ。

【図 2】

窒化ガリウム（GaN）単結晶ウエハにおいて反りが小さくなると、GaNウエハにレジストでマスクをつける際の歩留まりが良くなることを示すグラフ。横軸はウエハの反りを曲率半径（R）で表現したもので、縦軸はそのウエハの上にマスクをつける際の歩留まりを示す。上向きが良であり、下向きが悪である。

【図 3】

窒化ガリウム（GaN）単結晶ウエハにおいて反りが小さくなると、GaNウエハのクラック発生率も小さくなることを示すグラフ。横軸はウエハの反りを曲率半径（R）で表現したもので、縦軸はウエハのクラック発生率を示す。

【図 4】

窒化ガリウム単結晶を成長させインゴットからGaNウエハを切り出した後のミラーウエハとするための工程を示す図。粗加工－形状加工－粗研磨－精密研磨－洗浄－検査という流れである。

【図 5】

本発明の粗研磨においてGaNウエハに押圧力を掛けず、上定盤を引上げて低荷重にし粗研磨している様子を示す概略図。

【図 6】

本発明の粗研磨においてGaNウエハに押圧力を掛けず、上定盤を引上げて低荷重にし粗研磨している様子を示す概略図。（1）は上向き反りを持つウエハの断面図、（2）は上凸部ハと下の縁トルが削られて一部が平坦になっている事示す断面図、（3）は上凸部ニロがさらに削られ、下の縁もさらに削られて平坦になってきたものの断面図、（4）は上の凸部がなくなり下の縁もなくなって反りのないようになったウエハの断面図。

【図 7】

遊星運動をするテンプレートの穴に反りのあるGaNウエハを入れ下定盤と上定盤で挟み荷重を掛けずに反りのあるGaNウエハを粗研磨する様子を示す断面図。

【図 8】

過硫酸カリウムと水酸化カリウムとコロイダルシリカを含む研磨液によってG

a N ウエハを精密研磨し割れやスクラッチを発生することなく鏡面に仕上げる様子を示す断面図。

【図 9】

ウエハの反りを曲率半径 R で表現した場合と、直径 D として中央部の隆起 H によって表現した場合の関係を説明するための線図

【図 1 0】

ある直径上に、極大点 T 1、T 2、極小点 K 1、K 2、K 3 をもち反りが三重になっている三重彎曲反りウエハの断面図。

【図 1 1】

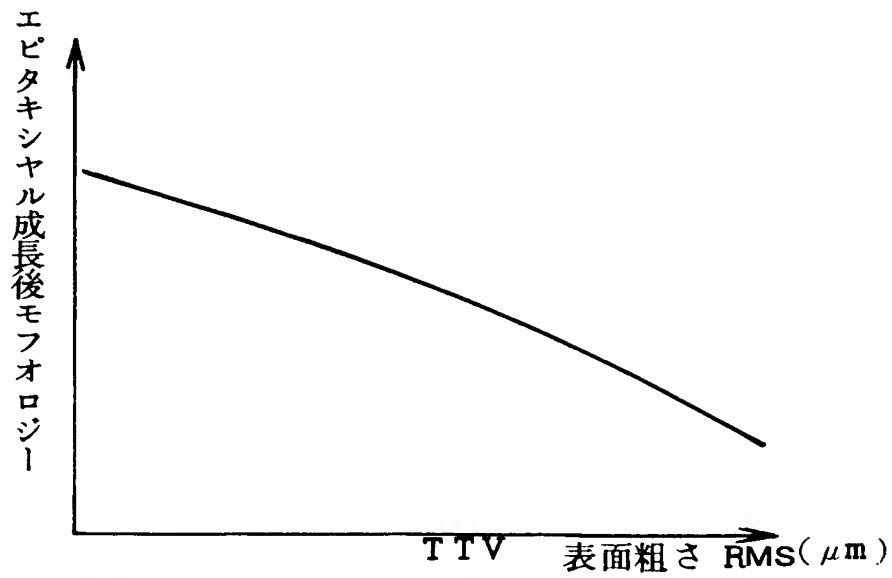
窒化ガリウム (G a N) 単結晶ウエハにおいて裏面の粗度が大きくなると、ウエハ表面のパーティクル数も増えることを示すグラフ。横軸は裏面粗度を R M S (μ m) で表現したもので、縦軸は G a N ウエハのパーティクル数を示す。

【符号の説明】

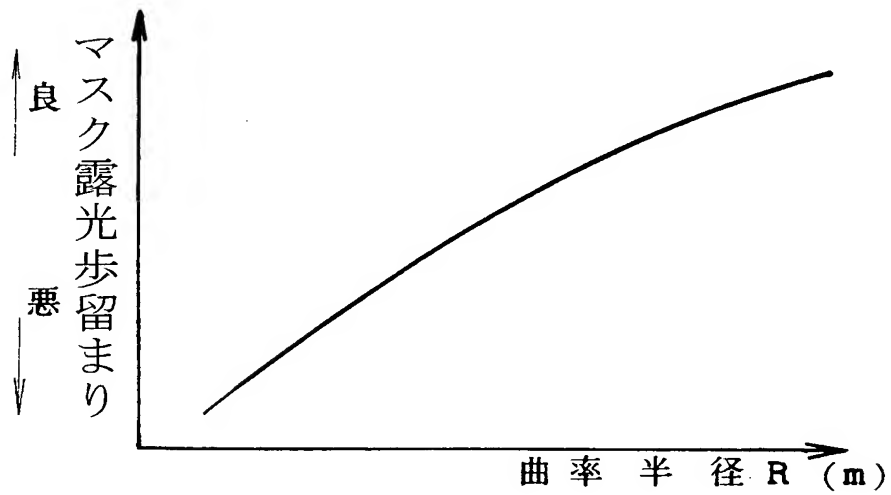
- 2 G a N ウエハ
- 3 上定盤
- 4 下定盤
- 7 研磨布
- 8 研磨布
- 9 研磨液
- 2 0 太陽歯車
- 2 2 テンプレート
- 2 3 インターナルギヤ
- 2 5 ウエハ通し穴
- 2 6 上回転軸
- 2 7 下回転軸

【書類名】 図面

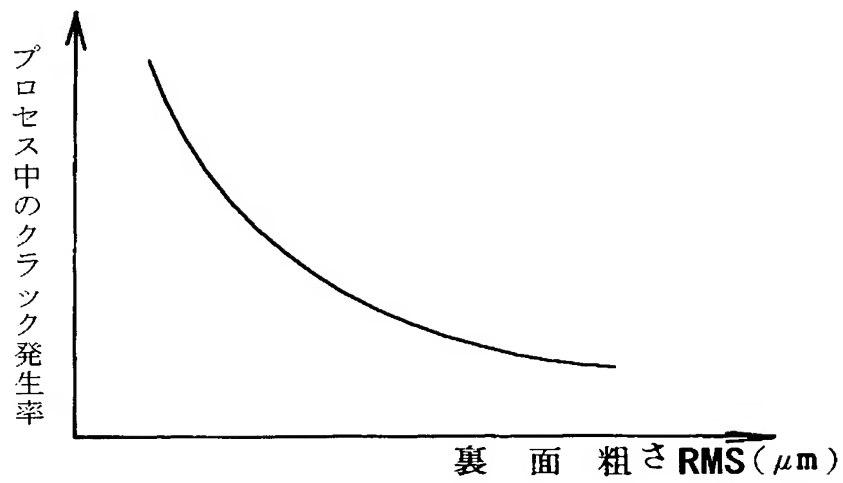
【図1】



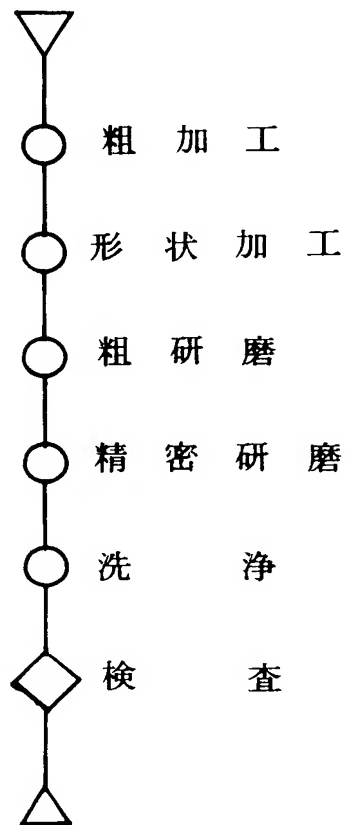
【図2】



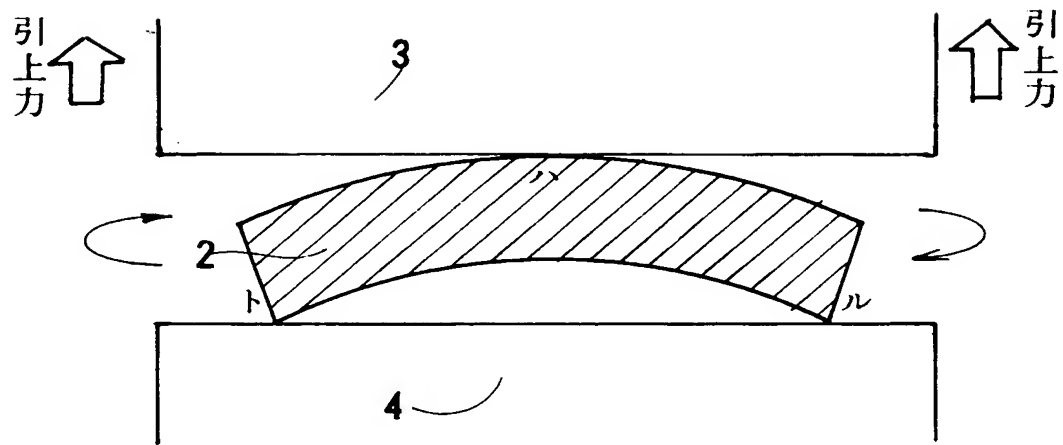
【図3】



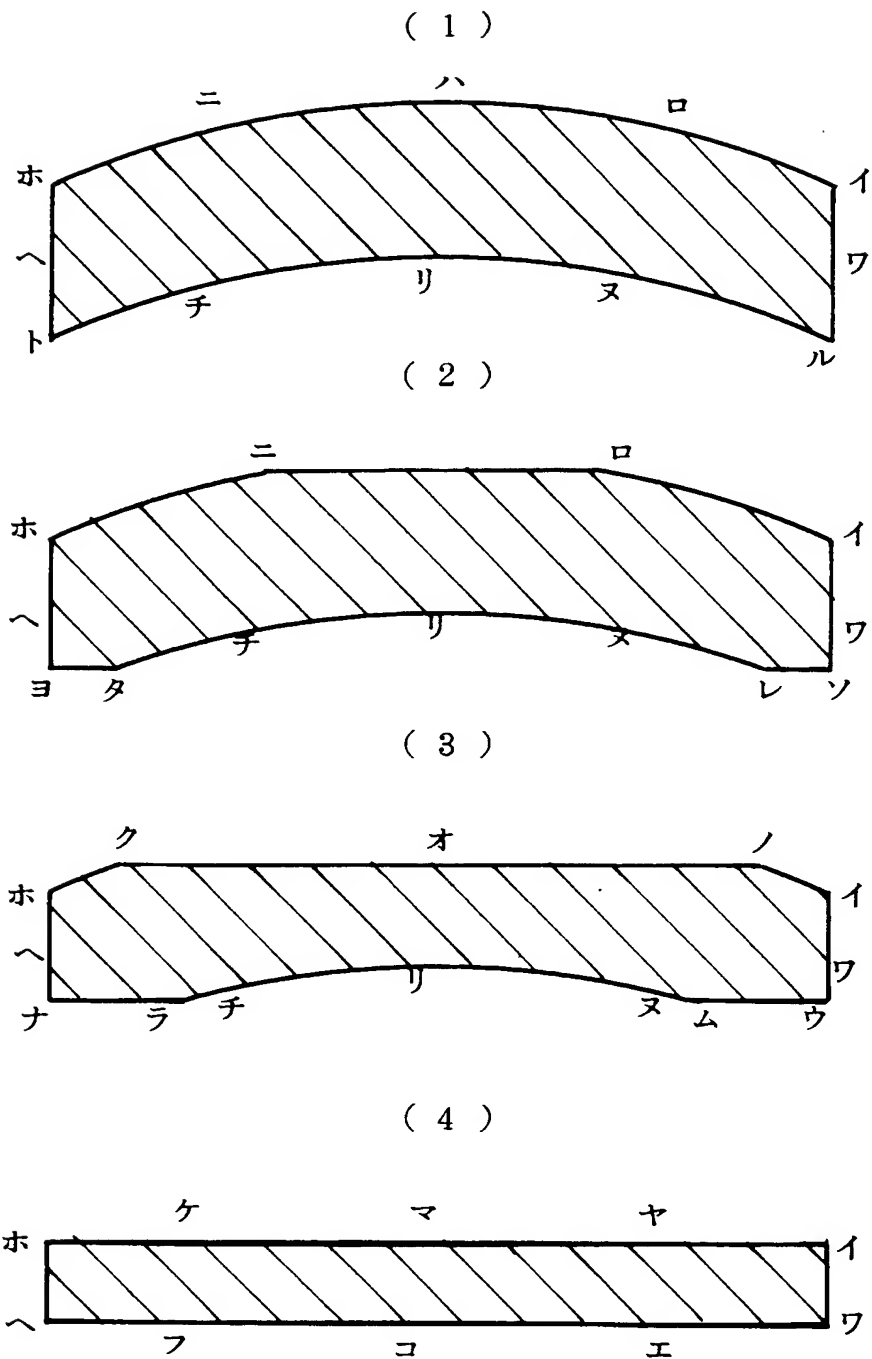
【図4】



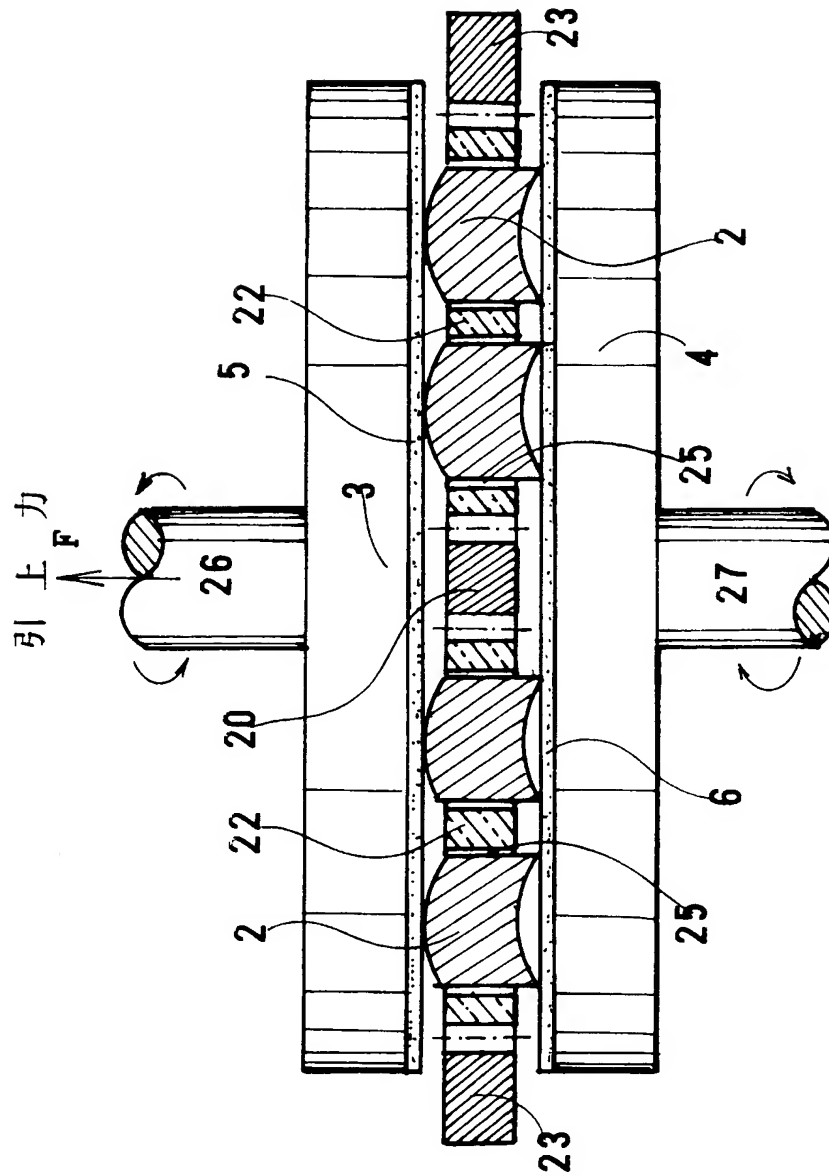
【図5】



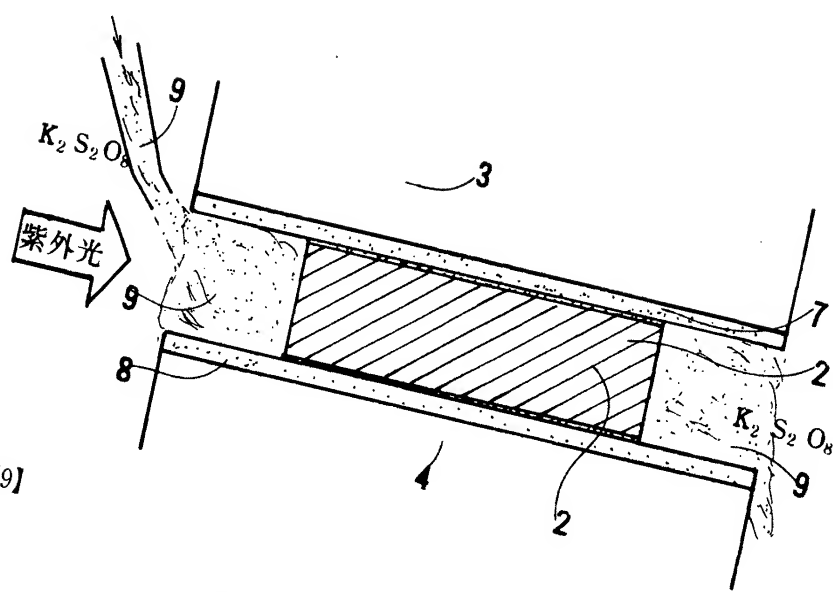
【図6】



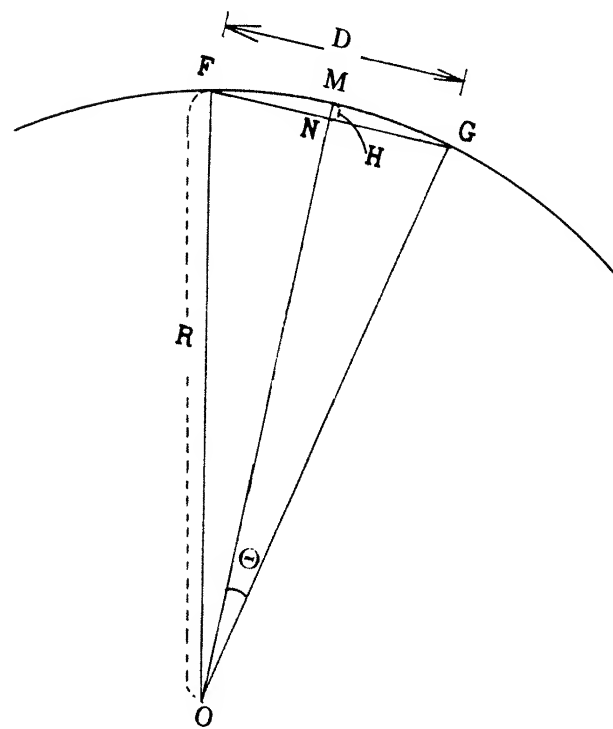
【図7】



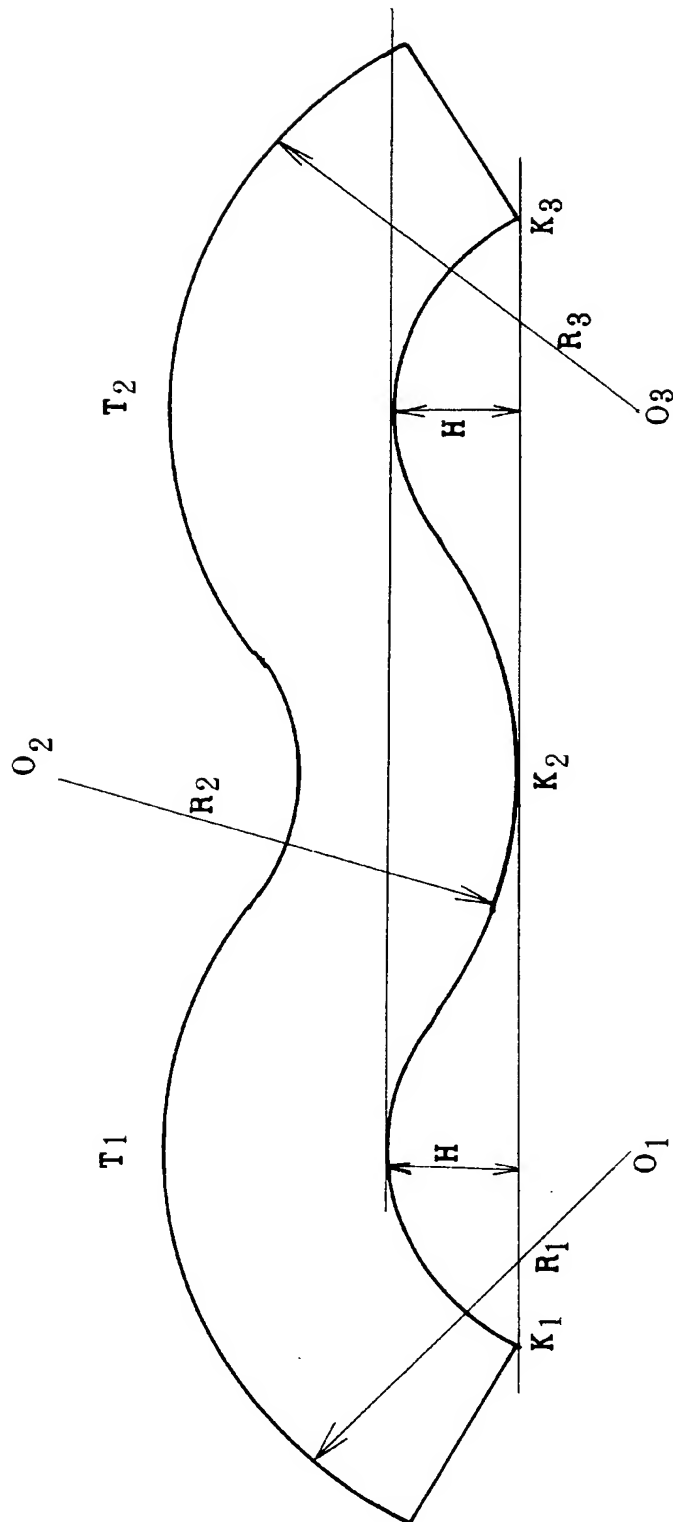
【図8】



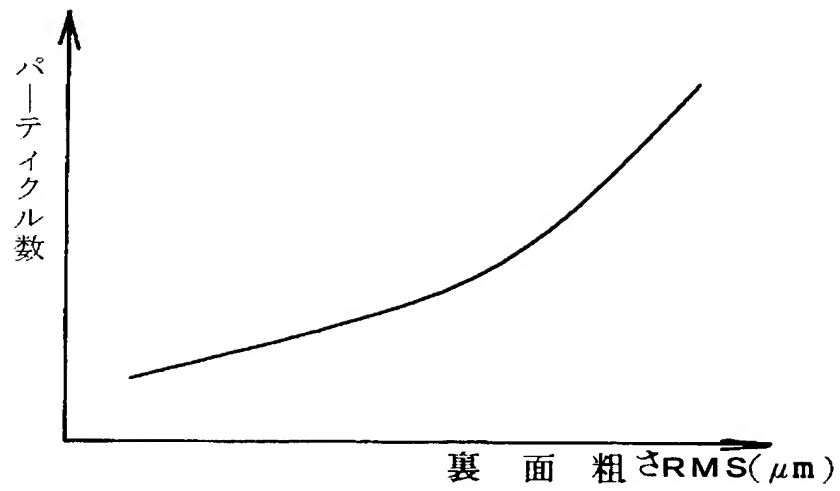
【図9】



【図10】



【図11】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 GaAs と格子定数が合わないので GaN を成長させて GaAs を除くと GaN が上に凹になるように歪む。通常の研磨では研磨プレートに付けて平坦にし研磨後それを取り外す。反りは取れない。GaN は CMP できないし脆いので面粗度を小さくできない。裏面が粗面であるとパーティクルが付きウエハ平坦度も改善できない。

【解決手段】 粗研磨では上定盤を引き上げ無荷重の状態で GaN 基板を研磨し反りを $R \geq 60 \text{ m}$ とする。精密研磨ではペルオキソ 2 硫酸カリウム、水酸化カリウムと紫外線によって化学的に GaN を研磨する。遊離砥粒による機械的研磨と合わせて GaN の化学的機械的研磨 (CMP) が実現した。表面の面粗度を $\text{RMS} \leq 0.5 \text{ nm}$ にできる。裏面も CMP で精密研磨し $\text{RMS} \leq 2 \text{ nm}$ とする。表面面粗度が $\text{RMS} \leq 5 \text{ nm}$ 、裏面が $\text{RMS} \leq 5000 \text{ nm}$ であってもよい。

【選択図】 図 5

特願 2 0 0 3 - 1 2 8 0 6 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 1 3 0]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号

氏 名

住友電気工業株式会社

特願 2 0 0 3 - 1 2 8 0 6 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 1 8 5]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 3 5 号

氏 名

ソニー株式会社